

EKSTRAKSI DAN KARAKTERISASI MINYAK HATI CUCUT PISANG

Extraction and characterization of liver oil from silky shark

Anhar Rozi^{1*}, Sugeng Heri Suseno², Agoes Mardiono Jacob²

¹Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan, Universitas Teuku Umar Meulaboh
Universitas Teuku Umar, Kampus UTU Meulaboh, Jalan Alue Penyareng, Meulaboh 23615 Aceh Barat
Telepon (0655) 7110535

²Departemen Teknologi Hasil Perairan, Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan, Institut Pertanian Bogor
Institut Pertanian Bogor, Kampus IPB Dramaga, Jalan Agatis, Bogor 16680 Jawa Barat
Telepon (0251) 8622909-8622906, faks (0251) 8622915

*Korespondensi: anharrozi89@gmail.com

Diterima: 8 Juni 2015/ Review: 22 Juli 2016/ Disetujui: 10 Agustus 2016

Cara sitasi: Rozi A, Suseno SH, Jacob AM. 2016. Ekstrak dan karakterisasi minyak hati cucut pisang. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia* 19(2): 100-109.

Abstrak

Ikan cucut mempunyai hati yang beratnya 10-15% dari berat tubuhnya, 50% dari total minyak ikan cucut terdapat pada bagian hati. Penelitian ini bertujuan menentukan kandungan logam berat, profil asam lemak bahan baku, ekstraksi minyak ikan, dan parameter oksidasinya. Metode pengujian logam berat pada hati ikan cucut pisang yang mengacu pada SNI dan analisis asam lemak mengacu pada AOAC. Metode ekstraksi menggunakan panas oven dengan perlakuan suhu (50, 60, 70, dan 80°C) selama 8 jam. Hasil kandungan logam berat tertinggi adalah kadmium (Cd) dengan nilai sebesar $0,88 \pm 0,01$ ppm, asam lemak SFA yaitu 18,46% dengan asam palmitat sebagai asam lemak yang dominan (12,59%). Kandungan MUFA sebesar 24,54% dengan asam oleat (17,86%) sebagai asam lemak dominan. Kandungan PUFA sebesar 19,11% dengan DHA (14,35%) sebagai asam lemak dominan, sementara kandungan asam lemak EPA sebesar 1,5%. Rendemen minyak hati ikan cucut terbesar didapatkan dari hasil ekstraksi pada suhu 50°C sebesar 24,47%. Oksidasi minyak hati cucut pisang hasil ekstraksi menunjukkan perlakuan terbaik adalah suhu 50°C dengan nilai peroksida (PV), nilai p-Anisidin (p-AV), persentase asam lemak bebas (%FFA), bilangan asam (AV), dan total oksidasi (TOTOX) masing-masing yaitu $7,26 \pm 1,27$ mEq/kg, $16,79 \pm 0,28$ mEq/kg, $5,47 \pm 0,12\%$, $10,88 \pm 0,25$ mg KOH/kg, dan $31,31 \pm 2,26$ mEq/kg.

Kata kunci: asam lemak, cucut pisang, ekstraksi, kualitas minyak

Abstract

Silky shark liver was 10-15% of its body mass and 50% of oil is contained in the liver. The aimed of this study was to determine heavy metal content, fatty acid profile on raw material, extraction of its oil, and parameter of oxidation. The method of heavy metal test stated on the SNI and fatty acid analysis referred to AOAC. The extraction was oven methode at 50, 60, 70, and 80°C in 8 hours. Cadmium (Cd) as the highest heavy metal content with 0.88 ± 0.01 ppm, SFA was 18.46% composed by palmitic acid dominantly (12.59%). The MUFA was 24.54 % with the highest oleic acid (17.86%). PUFA was 19.11 % that consist of DHA (14.35%) as the most abundantly present while EPA was 1.50%. Shark liver oil which was extracted at 50°C had the highest yield (24.47%). The oxidation of silky shark liver oil extraction indicated the best treatment at 50°C with peroxide value (PV), p-Anisidine value (p-AV), percentage of free fatty acid (% FFA), acid value (AV), and total oxidation (TOTOX) were 7.26 ± 1.27 mEq/kg, 16.79 ± 0.28 mEq/kg, $5.47 \pm 0.12\%$, 10.88 ± 0.25 mg KOH/kg, and 31.31 ± 2.26 mEq/kg respectively.

Keywords: extraction, fatty acid, silky shark, quality of oil

PENDAHULUAN

Industri perikanan adalah bidang usaha yang sangat luas dengan sistem multi proses, salah satunya adalah industri pengasinan ikan cucut, yang memiliki permasalahan produk sampingan (*by-product*). *By-product* ini memiliki potensi untuk diolah menjadi minyak ikan. Produksi minyak ikan dari hasil samping industri ikan sudah banyak dilakukan, yakni pada ikan tuna (Suseno 2015), sardin dan sidat (Suseno *et al.* 2014), patin (Arifianto *et al.* 2013), lele (Kalalo *et al.* 2013), *carp* (Crexi *et al.* 2010) dengan rendemen mencapai 38%.

Hati ikan cucut diketahui banyak mengandung minyak dan squalen yang dapat digunakan sebagai bahan obat-obatan. Minyak hati ikan cucut pada umumnya dikenal adalah sebagai sumber vitamin A (Sudjoko 1991). Jenis ikan cucut yang banyak tertangkap di Indonesia, yaitu cucut palu (*Zygaena* sp.), cucut caping (*Alopiar vulpinus*) dan cucut biru (*Prionace glauca*) yang berkadar minyak 20-60%, dengan kandungan vitamin A pada minyak sekitar 2.000-15.300 SI/gram (Raharjo & Saharto 1972).

Proses produksi minyak ikan meliputi proses ekstraksi dan pemurnian. Ekstraksi yang banyak digunakan adalah ekstraksi basah (wet-rendering) yang meliputi pemasakan ikan dengan uap air panas (*steam*) untuk merusak struktur sel dan pengepresan terhadap minyak yang telah dipanaskan (Estiasih 2009). Damongilala (2008) mengekstraksi minyak hati ikan cucut botol dengan pemanasan.

Suseno *et al.* (2014) melakukan ekstraksi minyak dari ikan sardin dengan beberapa metode, antara lain metode Bligh and Dyer mendapatkan rendemen minyak sebesar 0,60-23,44%, metode soxhlet dengan rendemen minyak sebesar 0,9-39,00%, dan metode wet rendering dengan rendemen minyak sebesar 0,00-10,00%. Suseno (2015) menganalisis proksimat *by-product* ikan tuna dengan kadar lemak tertinggi pada bagian ekor

sebesar 3,35%. Ikan cucut memiliki rendemen *by-product* berupa hati yang memiliki berat hingga mencapai 20% dari berat tubuhnya (Navarro *et al.* 2000), 50% dari total minyak ikan cucut terdapat pada bagian hati (Kjerstad *et al.* 2003). Profil asam lemak pada minyak hati ikan cucut meliputi asam lemak jenuh dan asam lemak tak jenuh. Menurut Edward (1976), asam lemak tak jenuh pada ikan cucut meliputi asam oleat 25,2%, asam linoleat 2,3%, asam linolenat 0,4%, asam stearidonat 1,4%, asam gondorat 9,2%, asam arachidonat 3,1%, EPA 9,2%, asam erukat 6,6%, DPA 3,4% dan DHA 7,3%.

Huli *et al.* (2014) melakukan penelitian ekstraksi minyak terhadap kulit ikan swangi metode wet rendering dengan perlakuan suhu 60, 70, 80, 90, 100°C mendapatkan kualitas minyak terbaik pada perlakuan suhu 60°C berdasarkan uji kualitas minyak (FFA, PV, p-anisidin, TOTOX, dan AV), sedangkan rendemen tertinggi pada perlakuan suhu 80°C selama 30 menit sebesar 1,23%.

Penelitian sebelumnya melaporkan bahwa *by-product* pengolahan ikan cucut berpotensi sebagai sumber minyak ikan yang kaya akan omega-3 dan squalen (Damongilala 2008; Budiati 2005; dan Undjung 2005). Penelitian ini bertujuan menentukan kandungan logam berat, profil asam lemak hati cucut pisang, ekstraksi minyak ikan dengan metode *dry rendering* dan parameter oksidasinya.

BAHAN DAN METODE

Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi hati ikan cucut pisang hasil samping dari pengasinan, KOH (Merck), CH₃COOH (Merck), kloroform (Merck), Na₂S₂O₃ (Merck), trimethylpentane (Merck), larutan p-Anisidin (Sigma aldrich). Alat yang digunakan adalah burret (Iwaki Pyrex), spektrofotometer UV-VIS (Agilent 8453), timbangan digital (Quattro), mikropipet (Axygen), Shimadzu GC 2010 Plus dan Atomic Absorption Spectroscopy (AAS) shimadzu-7000.

Metode Penelitian

Penentuan Kandungan Logam Berat (BSN 2009)

Sampel dipreparasi dan dianalisis sesuai dengan pengujian logam berat (Cd, Pb, Hg, Ni, As) pada analisis air (APHA 3110 untuk logam Cd, Pb, dan Ni; metode 3114 untuk As; dan metode 3112 untuk Hg). Filtrat dianalisis menggunakan *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS). Analisis kandungan logam dapat dihitung dengan persamaan berikut:

$$\text{Kadar logam (ppm)} = \frac{\text{Konsentrasi logam } \left(\mu \frac{\text{g}}{\text{mL}}\right)}{\text{Bobot sampel}} \times V \text{ pelarutan}$$

Penentuan Profil Asam Lemak (AOAC 2005)

Metode analisis yang digunakan menggunakan prinsip mengubah asam lemak menjadi turunannya, yaitu metil ester sehingga dapat terdeteksi oleh alat kromatografi. Hasil analisis akan ditunjukkan melalui beberapa puncak pada waktu retensi tertentu sesuai dengan karakter masing-masing asam lemak dan dibandingkan dengan standar. Lemak diekstraksi dari bahan terlebih dahulu sebelum melakukan injeksi metil ester lalu metilasi dilakukan untuk terbentuk metil ester dari masing-masing asam lemak yang didapat sehingga mampu dideteksi oleh alat kromatografi gas.

Ekstraksi Minyak Ikan (Damongila 2008)

Ekstraksi minyak hati cucut pisang dilakukan dengan sistem dry rendering menggunakan oven. Hati ikan cucut pisang dimasukkan ke dalam oven yang menggunakan sistem listrik lewat elemen pengatur suhu, kemudian dipanaskan dengan suhu yang berbeda (suhu 50, 60, 70, dan 80°C) selama 8 jam. Minyak ditampung dalam wadah dan disentrifugasi untuk memisahkan kotoran.

Analisis Nilai Peroksida (PV) (AOCS 1995)

Nilai peroksida dianalisis dengan metode AOCS Cd-8b-90 yaitu menentukan bilangan peroksida menggunakan prinsip titrasi iodine yang dilepaskan dari senyawa potassium iodida oleh peroksida menggunakan standar larutan tiosulfat sebagai titran dan larutan pati sebagai indikator. Metode ini mendeteksi semua zat yang mengoksidasi potassium iodida dalam kondisi asam. Sampel ditimbang sebanyak 5 g dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer ukuran 250 mL, kemudian ditambah 30 mL larutan asam asetat dan kloroform dengan perbandingan 3:2, kemudian ditambah 0,5 mL larutan potassium iodide (KI). Larutan kemudian dikocok dengan hati-hati agar tercampur, kemudian ditambah 30 mL aquades. Tahap selanjutnya dititrasi dengan larutan 0,01 N sodium tiosulfate ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) hingga larutan berubah warna menjadi kuning, setelah itu ditambah 0,5 mL larutan indikator kanji 1% yang akan mengubah warna larutan menjadi biru, titrasi dilanjutkan bersamaan dengan terus mengocok larutan hingga berubah warna menjadi biru muda yang menandakan pelepasan iodine dari lapisan kloroform, titrasi dilanjutkan dengan hati-hati hingga warna biru pada larutan hilang.

Perhitungan nilai peroksida dilakukan dengan persamaan berikut:

$$\text{Nilai peroksida} = \frac{S \times M \times 1000}{\text{Berat sampel (g)}}$$

Keterangan:

S : Jumlah sodium tiosulfate (mL)

M : Konsentrasi sodium tiosulfate (0,01 N)

Analisis Nilai p-Anisidin (p-AV) (AOCS 1998)

Analisis nilai p-Anisidin dilakukan dengan metode AOCS Cd 18-90. Pengujian nilai p-Anisidin diperlukan dua nilai absorbansi dari dua larutan uji yang berbeda.

Larutan uji 1 dibuat dengan cara melarutkan 1 g sampel ke dalam 25 mL trimethylpentane. Larutan uji 2 dengan cara menambahkan 1 mL larutan p-anisidin (2,5 g/L) ke dalam 5 mL larutan uji 1, kemudian dikocok dan dihindarkan dari cahaya. Larutan referensi dibuat dengan cara menambahkan 1 mL larutan p-anisidine (2,5 g/L) ke dalam 5 mL larutan trimetilpentana, dikocok dan dihindarkan dari cahaya. Nilai absorbansi larutan uji 1 diukur pada 350 nm. Larutan uji 2 diukur pada 350 nm tepat 10 menit setelah larutan disiapkan, dengan menggunakan larutan referensi sebagai kompensasi. Nilai anisidin ditetapkan dengan persamaan berikut:

$$\text{Nilai anisidin} = \frac{25 \times (1,2 A_2 - A_1)}{G}$$

Keterangan:

A1 : Absorbansi larutan uji 1

A2 : Absorbansi larutan uji 2

G : Massa sampel yang digunakan pada larutan uji 1 (1 g)

Analisis Presentase Asam Lemak Bebas (%FFA) (AOCS 1998)

Asam lemak bebas sangat berkaitan dengan flavour dan tekstur yang kurang menarik pada minyak. Nilai FFA pada industri pengolahan minyak berkaitan dengan jumlah alkali yang akan digunakan pada proses pemurnian (Sathivel *et al.* 2003). Analisis persentase asam lemak bebas dilakukan dengan metode AOCS Ca 5a-4 yaitu dengan menimbang sebanyak 10 gram minyak kemudian ditambah 25 mL alkohol 95% (erlenmeyer 200 mL), dipanaskan dalam penangas air selama 10 menit, kemudian campuran tersebut ditetesi indikator PP sebanyak 2 tetes. Campuran tersebut dikocok dan dititrasi dengan KOH 0,1 N hingga timbul warna pink yang tidak hilang dalam 10 detik. Persentase FFA dihitung berdasarkan persamaan berikut:

$$\%FFA = \frac{A \times N \times M}{10G}$$

Keterangan:

A : Jumlah titrasi KOH (mL)

N : Normalitas KOH

G : Berat sampel (g)

M : Bobot molekul asam lemak dominan (asam oleat) (282,5)

Analisis Bilangan Asam (AV) (AOCS 1998)

Nilai keasaman dianalisis berdasarkan metode AOCS Ca 5a-40. Penentuan derajat keasaman dilakukan dengan cara titrasi KOH terhadap sampel, yang menggunakan prinsip jumlah KOH yang diperlukan (mg) untuk menetralkan 1 g lemak. Persamaan untuk mendapatkan derajat keasaman (mg KOH/mL lemak) adalah:

$$\text{Bilangan asam} = \frac{V \times N \times K}{10G}$$

Keterangan:

N : Konsentrasi KOH (mg/mL)

V : Volume KOH untuk titrasi (mL)

K : Berat molekul KOH (56,1)

G : Berat sampel (g)

Analisis Nilai Total Oksidasi (TOTOX) (AOCS 1998)

Nilai total oksidasi (TOTOX) dilakukan dengan metode AOCS Cd 18-90 dengan persamaan :

$$\text{Nilai total oksidasi} = (2PV + p-AV)$$

Keterangan:

PV : Nilai Peroksida (mEq/kg)

p-AV : Nilai Anisidin (mEq/kg)

Analisis Data (Walpole dan Ronald 1995)

Analisis statistik yang digunakan yaitu RAL (Rancangan acak lengkap) pada

evaluasi kualitas minyak hati cucut. Analisis data dilakukan dengan *Analysis of Variant* (ANOVA) pada selang kepercayaan 95% ($\alpha = 0,05$). Perlakuan yang berpengaruh terhadap respon, selanjutnya diuji lanjut Duncan, dengan rumus sebagai berikut :

$$Y_{ij} = \mu + \alpha_i + \Sigma_{ij}$$

Keterangan:

μ = Rataan umum

Y_{ij} = Respon pengaruh perlakuan pada taraf i ulangan ke- j

Σ_{ij} = Galat ke- i , ulangan ke- j

α_i = Pengaruh perlakuan pada taraf ke- i

HASIL DAN PEMBAHASAN

Residu Logam Berat

Residu logam berat yang terdapat pada hati ikan cucut pisang masih dalam ambang batas yang ditetapkan BSN (2009) kecuali kandungan Cd dengan nilai sebesar $0,88 \pm 0,01$ ppm, diduga perairan tersebut banyak mengandung limbah cat dan baterai. Residu logam berat pada hati ikan cucut pisang ditunjukkan pada Tabel 1.

Logam berat di dalam tubuh makhluk hidup akan mengalami bioakumulasi sehingga kadarnya di dalam tubuh lebih besar dari pada lingkungan perairan (Darmono 2001; Effendi 2003). Logam berat dapat menimbulkan efek samping pada makhluk hidup apabila melebihi ambang batas yang dibutuhkan oleh tubuh. Logam berat kadmium (Cd) bersifat kumulatif dan juga sangat toksik karena logam ini dapat menyebabkan gangguan fungsi ginjal dan paru-paru, peningkatan tekanan darah dan menyebabkan kemandulan pada pria (Effendi 2003).

Nilai pH

Hasil pengujian pH produk segar dan olahan filet lele dumbo asap berbumbu ditunjukkan pada Tabel 2. Produk segar memiliki pH-6,8 mendekati pH netral, sedangkan produk olahan memiliki pH yang cenderung asam yaitu pH-5,47 (asap goreng) dan pH-5,73 (asap oven). Perubahan pH cenderung asam pada pengasapan dikarenakan asap cair memiliki pH asam (\leq pH-4). Penelitian sebelumnya oleh Kaba *et al.* (2013) pada pengasapan ikan roa menunjukkan pH-5,16.

Profil Asam Lemak

Uji asam lemak dilakukan untuk mengetahui kandungan asam lemak baik itu asam lemak jenuh/saturated fatty acid (SFA), asam lemak tak jenuh tunggal/ *mono unsaturated fatty acid* (MUFA), dan asam lemak tak jenuh majemuk/poly unsaturated fatty acid (PUFA). Total SFA pada hati ikan cucut pisang yaitu 18,46% dan didominasi oleh asam palmitat (12,59%). Kandungan total MUFA yaitu 24,54%, didominasi oleh asam oleat (17,86%), sedangkan pada PUFA yaitu 19,11% didominasi DHA (14,35%). Profil asam lemak hati ikan cucut pisang ditunjukkan pada Tabel 2.

Minyak ikan memiliki kandungan asam lemak yang berbeda (Berghe dan Branathan 2005), lingkungan dan jenis makanan juga mempengaruhi komposisi asam lemak pada ikan (Ould El Kebir *et al.* 2003). Saito *et al.* (1997) menyatakan asam lemak berbeda antara spesies ikan dan tergantung berbagai faktor seperti musim, suhu, tempat berkembang,

Tabel 1 Residu logam berat pada hati cucut pisang (*Charcharinus falciformis*)

Logam berat	ppm	Batas ambang SNI (2009)
Timbal (Pb)	$0,00 \pm 0,00$	1
Kadnium (Cd)	$0,88 \pm 0,01$	0,5
Merkuri (Hg)	$<0,005$	1
Arsen (As)	$<0,005$	1
Nikel (Ni)	$0,68 \pm 0,01$	1

Tabel 2 Persentase profil asam lemak hati cucut pisang (*Charcharinus falciformis*)

Nama asam lemak	Struktur	Hati ikan cucut
Asam laurat	C12:0	0,04
Asam tridekanoat	C13:0	0,02
Asam miristat	C14:0	1,60
Asam pentadekanoat	C15:0	0,54
Asam palmitat	C16:0	12,59
Asam heptadekanoat	C17:0	0,52
Asam stearat	C18:0	2,91
Asam arakidat	C20:0	0,11
Asam heneikosanat	C21:0	0,03
Asam behenat	C22:0	0,06
Asam lignoserat	C24:0	0,04
Total SFA		18,46
Asam miristoleat	C14:1	0,04
Asam palmitat	C16:1	2,58
Asam cis-10-heptadecanoat	C17:1	0,61
Asam Elaidat	C18:1n-9t	0,13
Asam oleat	C18:1n-9c	17,86
Asam cis-11-eicosenoat	C20:1	2,48
Asam erukat	C22:1n-9	0,45
Asam Nervonat	C24:1	0,39
Total MUFA		24,54
Asam linoleat	C18:2n-6c	0,70
Asam cis-11, 14-eicosedienoat	C20:2	0,34
Asam cis-13, 16-docosadienoat	C22:2	0,04
Asam cis-8, 11, 14-eicosetrienoat	C20:3n-6	0,16
Asam arachidonat	C20:4n-6	2,02
Asam eicosapentaenoat (EPA)	C20:5n-3	1,50
Asam docosahesaenoat	C22:6n-3	14,35
Total PUFA		19,11

spesies ikan, umur, jenis kelamin, dan kebiasaan makan.

Okland *et al.* (2005) melaporkan bahwa kandungan PUFA ikan laut dalam didominasi oleh DHA dan memiliki kisaran 29,55-39,67%. Kandungan MUFA didominasi oleh asam oleat (13,56-22,53%). Kandungan SFA didominasi oleh asam palmitat (9,84-12,49%). Suseno *et al.* (2010) meneliti profil asam lemak ikan laut dalam dan memperoleh hasil berupa

SFA (0,86-43,18%), MUFA (37,10-50,09%), dan PUFA (2,52-16,10%)

Ekstraksi Minyak

Rendemen hasil ekstraksi pada hati ikan cucut pisang (*Charcharinus falciformis*) menggunakan oven suhu (50, 60, 70, dan 80°C) yaitu 24,47, 20,16, 16,06, dan 17,20%. Damongilala (2008) menyatakan ekstraksi hati ikan cucut botol dengan pemanasan

menggunakan oven menghasilkan asam lemak tak jenuh lebih besar dibandingkan pemanasan menggunakan sinar matahari.

Lubis dan Nova (2013) menyatakan bahwa rendemen dari hasil ekstraksi sangat tergantung pada suhu dan waktu ekstraksi. Penelitian lain terhadap ikan patin Arifianto *et al.* (2013) memperoleh rendemen tertinggi sebesar 18,75% pada perlakuan suhu 75°C dan rendemen terendah sebesar 8,13% pada perlakuan suhu 50°C.

Parameter Oksidasi

Nilai Peroksida (PV), Nilai p-Anisidin (p-AV), dan Nilai TOTOX

Nilai peroksida terendah didapatkan pada hasil ekstraksi dengan suhu 50°C sedangkan nilai tertinggi pada suhu 80°C. Nilai p-anisidin terendah didapatkan pada hasil ekstraksi suhu 50°C, sedangkan nilai tertinggi pada suhu 80°C. Nilai total oksidasi terbaik yang didapatkan pada penelitian ini pada ekstraksi suhu 50°C dan merupakan nilai terendah dibandingkan dengan perlakuan suhu lain, sedangkan nilai terbesar didapatkan pada suhu 80°C.

Kerusakan minyak ikan disebabkan oleh cahaya, panas, peroksida lemak, logam berat, hemoglobin, mioglobin, klorofil dan enzim lipooksidase (Ketaren 2005). Nilai oksidasi sangat penting sebagai indikator mutu minyak, semakin rendah nilai oksidasi maka kualitas minyak akan semakin baik. International Fish Oil Standard (IFOS) menetapkan nilai bilangan peroksida <3,75 meq/Kg sebagai standar minyak kategori layak konsumsi.

Analisis nilai peroksida terhadap minyak kasar hasil ekstraksi dilakukan

untuk menentukan jumlah hidroperoksida pada minyak yang merupakan hasil proses oksidasi primer (Aidos *et al.* 2002). Aidos *et al.* (2002) menyatakan bahwa nilai peroksida sangat tergantung pada suhu ekstraksi, semakin rendah suhu ekstraksi maka semakin baik kualitas minyak ikan. Nilai peroksida ditunjukkan pada Tabel 3.

Analisis p-anisidin dilakukan untuk mengetahui oksidasi sekunder yang dicirikan oleh degradasi lemak yang diinisiasi oleh hidroperoksida, sehingga menghasilkan produk samping karbonil yang bersifat non-volatile (Aidos *et al.* 2002). Estiasih *et al.* (2009) menyatakan lama ekstraksi dan suhu dapat mempengaruhi nilai sekunder oksidasi, faktor lain yang memicu oksidasi misalnya kontak dengan oksigen, pemanasan berulang, cahaya, katalis logam seperti besi dan tembaga, serta derajat ketidak jenuhan asam lemak dalam minyak.

Minyak yang berkualitas bagus harus memiliki nilai p-anisidin dibawah 20 mEq/Kg (Hamilton *et al.* 1988), 4-60 mEq/Kg (Bimbo 1998), ≤15 mEq/Kg (BPOM-RI dan IFOS). Waktu penyimpanan merupakan faktor yang menyebabkan terbentuknya senyawa p-anisidin disamping antioksidan alami yang terkandung dalam minyak ikan. Nilai p-anisidin ditunjukkan pada Tabel 3.

Nilai total oksidasi merupakan penjumlahan x 2 nilai peroksida dan p-anisidin (Perrin 1996). Bimbo (1998) menyatakan nilai TOTOX untuk minyak layak konsumsi antara 10-60 mEq/Kg. Sementara IFOS menyatakan minyak layak konsumsi harus memiliki nilai TOTOX dibawah 20 mEq/Kg. Nilai total oksidasi ditunjukkan pada Tabel 3.

Tabel 3 Analisis nilai peroksida minyak hati cucut pisang (*Charcharinus falciformis*)

Perlakuan Suhu	Nilai peroksida (mEq/Kg)	Nilai p-Anisidin (mEq/Kg)	Nilai TOTOX (mEq/Kg)
50°C	7,26 ± 1,27 ^a	16,79 ± 0,28 ^a	31,31 ± 2,26 ^a
60°C	10,33 ± 2,82 ^a	18,28 ± 0,19 ^b	38,94 ± 5,85 ^a
70°C	20,62 ± 0,53 ^b	19,65 ± 0,27 ^c	60,89 ± 1,34 ^b
80°C	21,32 ± 1,42 ^b	22,65 ± 0,27 ^d	65,29 ± 3,12 ^b

Keterangan : Huruf *superscript* yang berbeda pada kolom yang sama menunjukkan adanya perbedaan nyata ($p < 0,05$)

Tabel 4 Persentase asam lemak bebas (FFA) dan bilangan asam (AV) minyak hati cucut pisang (*Charcharinus falciformis*)

Perlakuan Suhu	Asam lemak bebas (%FFA)	Bilangan asam (mg KOH/Kg)
50°C	5,47 ± 0,12 ^a	10,88 ± 0,25 ^a
60°C	5,68 ± 0,36 ^a	11,30 ± 0,73 ^a
70°C	7,70 ± 0,24 ^b	15,32 ± 0,47 ^b
80°C	10,63 ± 0,05 ^c	21,15 ± 0,11 ^c

Keterangan : Huruf *superscript* yang berbeda pada kolom yang sama menunjukkan adanya perbedaan nyata ($p < 0,05$)

Persentase Asam Lemak Bebas (%FFA)

Persentase asam lemak bebas dimana perlakuan suhu 50°C memberikan nilai terbaik, sedangkan nilai tertinggi didapatkan pada suhu ekstraksi 80°C. FFA adalah produk dari reaksi hidrolisis triasilgliserida yang sangat erat kaitannya dengan proses penyimpanan. Sathivel *et al.* (2003) menyatakan bahwa nilai FFA sangat berkaitan dengan jumlah alkali yang akan digunakan pada proses pemurnian.

Minyak yang memiliki persentase asam lemak bebas yang tinggi akan memiliki aroma dan rasa yang kurang baik (Sathivel *et al.* 2003). Parameter oksidasi primer dan sekunder berhubungan erat dengan warna, bau, rasa dan pengotor lain dalam minyak ikan (Suseno *et al.* 2012). Nilai persentase asam lemak bebas ditunjukkan pada Tabel 4.

Bilangan Asam (AV)

Nilai bilangan asam terendah pada suhu ekstraksi 50°C, sedangkan nilai tertinggi didapatkan pada suhu ekstraksi 80°C. Nilai bilangan asam berkaitan erat dengan jumlah KOH yang digunakan untuk menetralkan 1 g minyak. Bilangan asam sangat mempunyai hubungan dengan nilai asam lemak bebas (FFA). Bilangan asam didapatkan dengan perkalian konstanta 1,99 dengan nilai asam lemak bebas (FFA). Meningkatnya ketengikan minyak adalah karena perubahan triasilgliserida (TAG) menjadi asam lemak bebas dan gliserol. Nilai bilangan asam ditunjukkan pada Tabel 4.

Kualitas asam lemak bebas, kadar air,

warna, nilai p-anisidin, dan nilai peroksida minyak ikan sangat menentukan harga minyak ikan tersebut di pasaran (European Commission 2006). Bilangan asam merupakan parameter yang penting untuk menentukan keberadaan nilai FFA dan komponen asam non-lemak lainnya. Bilangan asam sangat tergantung pada komposisi minyak, metode ekstraksi, dan kesegaran bahan mentah (Mohanarangan 2012; Aidos *et al.* 2002)

KESIMPULAN

Residu logam berat berada dalam ambang batas, hanya Cd yang melewati ambang batas dengan nilai 0,88±0,01 ppm. Profil asam lemak meliputi SFA sebesar 18,46%, MUFA sebesar 25,54%, dan PUFA sebesar 19,11% serta asam lemak oleat merupakan asam lemak dominan dengan nilai sebesar 17,86%. Perlakuan suhu 50°C merupakan perlakuan terbaik berdasarkan rendemen dan parameter oksidasi. Perlakuan suhu 50°C menghasilkan rendemen 24,47%; nilai peroksida (PV) sebesar 7,26±1,27 mEq/Kg; nilai p-Anisidin (p-AV) sebesar 16,79±0,28 mEq/Kg; nilai total oksidasi (TOTOX) sebesar 31,31±2,26 mEq/Kg; persentase asam lemak bebas (%FFA) sebesar 5,47±0,12% dan bilangan asam (AV) sebesar 10,88±0,25 mg KOH/Kg.

DAFTAR PUSTAKA

Aidos I, van-der-Padt A, Boom RM, Luten JB. 2002. Seasonal changes in crude and lipid composition of herring fillets, by-products and respective produced oils. *Journal of Agricultural and Food*

- Chemistry* 50: 4589-4599.
- [AOAC] Association of Official Analytical Chemist. 2005. Official Method of Analysis of The Association of Official Analytical of Chemist. Arlington. Virginia. USA. Published by The Association of Analytical Chemist. Inc.
- [AOCS] American Oil Chemists Society. 1998. Official Methods and Recommended Practices of the American Oil Chemists' Society, 5th ed. AOCS Press, Champaign.
- Arifianto TB, Nurjanah, Suseno SH. 2013. Karakterisasi bahan dan ekstraksi minyak ikan dari hasil sampling ikan patin (*Pangasius hypoptalmus*). *Jurnal Teknologi Industri Pertanian*. in press.
- Berghe JP, Branathan G. 2005. Fatty acids from lipids of marine organism: molecular biodiversity, roles as biomarkers, biologically active compounds, and economical aspects. *Adv. Biochem. Engin/ Biotechnol* 96: 49-125.
- Bimbo AP. 1998. Guidelines for characterizing food-grade fish oil. *Inform*, 9: 473-483.
- Brody J. 1965. Fishery By-Products Technology. AVI, Westport.
- [BSN] Badan Standardisasi Nasional. 2009. Batas maksimum cemaran logam berat dalam pangan. Jakarta: Departemen Perindustrian RI. SNI 7387:2009.
- Budiatin AS. 2005. Elusidasi struktur isolat skualena dari ikan hiu cucut botol (*Centrophorus* sp.). *Berk. Penel. Hayati*. 11: 67-72.
- Crexvi VT, Maurucio LM, Leonor AdZS, Luiz AAP. 2010. Production and refinement of oil from carp (*Cyprinus carpio*) viscera. *Food Chemistry* 119: 945-950.
- Damongilala LJ. 2008. Kandungan asam lemak tak jenuh minyak hati ikan cucut botol (*Centrophorus* sp.) yang diekstraksi dengan cara pemanasan. *Jurnal Ilmiah Sains* 8: 249-253.
- Darmono. 2001. Lingkungan Hidup dan Pencemaran. Jakarta: UI Press.
- [EC] European Commission. 2006. Commission regulation (EC) No 1199/2006 amending regulation (EC) No 466/2001 setting maximum levels for certain contaminants in food stuffs as regards dioxins and dioxin-like PCBs. *Off. J. EU*, L32/34.
- Edward HG. Jr. 1967. Fatty Acid Composition. Di dalam Stansby ME. Fish Oils, Their Chemistry, Technology, Stability, Nutritional, Properties, and Uses. The AVI Publishing Company Inc. Westport Connecticut. USA.
- Effendi H. 2003. Telaah Kualitas Air Bagi Pengelolaan Sumberdaya dan Lingkungan Perairan. Yogyakarta: Kanisius.
- Estiasih T. 2009. Minyak Ikan, Teknologi dan Penerapannya untuk Pangan dan Kesehatan. Yogyakarta: Graha Ilmu.
- Estiasih T, Ahmadi KGS, Nisa CF, Kusumastuti F. 2009. Optimasi kondisi pemurnian asam lemak omega-3 dari minyak hasil sampling penepungan tuna (*Thunnus* sp) dengan kristalisasi urea. *Jurnal Teknologi dan Industri Pangan* 20(2): 135-142.
- Hamilton RJ, Kalu C, McNeill GP, Padley FB, Pierce JH. 1988. Effects of tocopherols, ascorbyl palmitate and lecithin on autoxidation of fish oil. *J Am Oil Chem Soc* 75(7): 813-821.
- Huli LO, Suseno SH, Santosos J. 2014. Kualitas minyak ikan dari kulit ikan swangi. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia* 17 (3): 233-242.
- Kalalo PL, Nurjanah, Suseno SH. 2013. Karakterisasi bahan dan ekstraksi minyak ikan dari hasil sampling ikan lele (*Clarias* sp.). *Jurnal Teknologi Industri Pertanian*. in press.
- Ketaren S. 2005. Minyak dan Lemak Pangan. Jakarta: UI Press.
- Kjerstad M, Fosse I, Willemsem H. 2003. Utilization of deep-sea sharks at Hatton Bank in the North Atlantic. *J Northwest Atlantic Fisheries Science* (31): 333-338.
- Lubis MR, Nova M. 2013. Leaching of oil from tuna fish liver by using solvent of methyl-ethyl ketone. *Jurnal Rekayasa Kimia dan Lingkungan* 9(4): 188-196.

- Mohanarangan AB. 2012. Extraction of omega-3 fatty acids from Atlantic Herring (*Clupea herengus*). [Tesis]. Dalhousie University. Halifax, Nova Scotia.
- Navarro G, Pacheco R, Vallejo B, Ramirez J, Bolaños A. 2000. Lipid composition of the liver oil of shark species from the Caribbean and Gulf of California waters. *Journal of Food Composition and Analysis* 13: 791-798.
- Okland HMW, Stoknes IS, Remne JF, Kjerstad M, Synnes M. 2005. Proximate composition, fatty acid and lipid class composition of the muscle from deep-sea teleosts and elasmobranchs. *Comparative Biochemistry and Physiology, Part B*. 140: 437-443.
- Ould El Kebir MV, Branathan G, Siau Y, Miralles J, Gaydou EM. 2003. Fatty acid distribution in muscle, liver and gonads of rays (*Dasyatis marmorata*, *Rhinobatos cemiculus*, and *Rhinoptera marginata*) from the East Tropical Atlantic Ocean. *J. Agric. Food. Chem* 51: 1942-1947.
- Perrin JL. 1996. Determination of alteration. In: Karleskind A, Wolff JP. (Eds.) Oils and Fats, Manual vol. 2. Lavoisier Publishing, Paris (France).
- Raharjo AA, Saharto I. 1972. Cara-cara Ekstraksi Minyak Hati Ikan Hiu. Bulletin, K-7. Bandung: Lembaga Kimia Nasional.
- Sathivel S, Prinyawiwatkul W, King JM, Grimm CC, Lloyd S. 2003. Oil production from catfish viscera. *Journal of American Oil Chemistry Society* 80(4): 277-382.
- Saito H, Ishihara K, Murase T. 1997. The fatty acid composition in tuna (bonito, *Euthynnus pelamis*) caught at tree different localities from tropics to temperate. *J. Sci. Food. Agric.* 73: 53-59.
- Shahidi F. 2007. Maximizing the Value of Marine by-products. CRC Press, Boca Raton, Florida. ISBN 1 84569 013 3.
- Sudjoko B. 1991. Pemamfaatan ikan cucut. *Jurnal Oseana* 16(4): 31-37.
- Suseno SH, Tajul AY, Nadiyah WA, Hamidah, Asti, Ali. 2010. Proximate, fatty acid and mineral composition of selected deep sea fish species from Southern Java Ocean and Western Sumatra Ocean, Indonesia. *International Food Research Journal* 17: 905-914.
- Suseno SH, Tajul AY, Nadiyah WA, Noor AF. 2012. Improved of colour properties on Sardiniella lemuru oil during adsorbent refining using magnesol XL. *International Food Research Journal* 19(4): 1383-1386.
- Suseno SH, Syari C, Zakiyah ER, Jacoeb AM, Izaki AY, Saraswati, Hayati S. 2014. Low temperature extraction and quality of oil from spotted sardinella (*Amblygaster srim*) and goldstrip sardinella (*Sardinella gibbosa*). *World Journal of Fish and Marine Sciences* 6(5): 435-440.
- Suseno SH. 2014. Fatty acid profiles of tropical eel (*Anguila* sp.) by-products. *Advance Journal of Food Science and Technology* 6(6): 802-806.
- Suseno SH. 2015. Proximate, fatty acid, amino acid and mineral composition of tuna (*Thunnus* sp.) by-product from West Sumatra Povince, Indonesia. *Pakistan Journal of Nutrition* 14(1): 62-66.
- Undjung D. 2005. Continous production of pure squalene by using column chromatography. *Indo. J. Chem* 5(3): 251-254.
- Walpole, Ronald E. 1995. Pengantar Statistika. Edisi ke-3. Bandung: ITB.